

374562

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-66227

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和61年(1986)4月5日

G 11 B 5/842

7314-5D

B 01 J 13/00

8317-4G

G 11 B 5/708

7350-5D

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 磁気記録媒体の製造方法

⑯ 特 願 昭59-187550

⑰ 出 願 昭59(1984)9月6日

⑱ 発 明 者 青 山 茂 夫 茨木市丑寅1丁目1番88号 日立マクセル株式会社内

⑲ 発 明 者 戸 川 文 夫 茨木市丑寅1丁目1番88号 日立マクセル株式会社内

⑳ 出 願 人 日立マクセル株式会社 茨木市丑寅1丁目1番88号

㉑ 代 理 人 弁理士 高岡 一春

#### 明 細 書

##### 1. 発明の名称

磁気記録媒体の製造方法

##### 2. 特許請求の範囲

1. 80メッシュの篩を通して十分に乾燥した磁性粉末1gを、20mlの分散媒中で8時間超音波分散した時の、2週間後の磁性粉末の沈降体積が10cc以下となる分散媒で、磁性粉末を分散し、次いで、得られた磁性粉末の分散液を、この分散媒と混合し得る溶剤で処理して、磁性粉末の分散媒をこの分散媒と混合し得る溶剤に置換した後、これをこの置換した溶剤に可溶な結合剤樹脂およびこの置換した溶剤と同じ溶剤とともに混合分散して磁性塗料を調製し、この磁性塗料を基体上に塗布し、乾燥して磁性層を形成することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法

2. 磁性粉末を分散する分散媒が、炭素原子数1~5の低級アルコール、およびジオキサン、テトラヒドロフラン等のエーテル系溶剤から選ばれたいずれか一種、または二種以上を混合した溶剤

である特許請求の範囲第1項記載の磁気記録媒体の製造方法

3. 磁性粉末の分散媒での分散を、ニーダ、ボールミル、サンドミル、ディスパ、超音波等の分散機を用いて行う特許請求の範囲第1項記載の磁気記録媒体の製造方法

4. 磁性粉末の分散媒と混合し得る溶剤が、ケトン系溶剤、エステル系溶剤、芳香族炭化水素系溶剤、炭化水素系溶剤、アルコール系溶剤、酸アミド系溶剤、スルホキシド系溶剤、エーテル系溶剤から選ばれるいずれか一種、または二種以上を混合した有機溶剤、もしくは、水である特許請求の範囲第1項記載の磁気記録媒体の製造方法

5. 磁性粉末が、酸化鉄磁性粉末または粒子表面を予め酸化して耐食処理を施した金属磁性粉末である特許請求の範囲第1項記載の磁気記録媒体の製造方法

6. 磁性粉末の分散液中に分散媒に可溶な表面改質剤を含有させる特許請求の範囲第1項記載の磁気記録媒体の製造方法

7. 磁性粉末の分散媒をこの分散媒と混合し得る溶剤に置換する置換処理を経過時に行う特許請求の範囲第1項記載の磁気記録媒体の製造方法

### 3. 発明の詳細な説明

#### (産業上の利用分野)

この発明は磁気記録媒体の製造方法に関し、さらに詳しくは、磁性粉末の分散性に優れ、表面平滑性が良好で電気的特性に優れた磁性層を有する磁気記録媒体の製造方法に関する。

#### (従来の技術)

磁気記録媒体は、通常、結合剤成分を溶解し得る溶剤に結合剤樹脂を溶解し、この溶液中に磁性粉末、およびその他の必要成分を混合分散して磁性塗料を調製し、この磁性塗料をポリエステルフィルムなどの基体上に塗布、乾燥してつくられており、磁性層の表面平滑性が良好で電気的特性に優れたものが要求される。

そのため、使用する磁性粉末を結合剤成分中にできるだけ均一に分散させた磁性塗料を調製し、磁性粉末を磁性層中にできるだけ均一に分散させ

るのが望ましい。

#### (発明が解決しようとする問題点)

ところが、従来の方法では、親水性の磁性粉末の表面になじみにくい親油性の有機溶剤や、あるいは、親水性の磁性粉末の表面になじみやすいものの、いまひとつ磁性粉末との親和性が充分でない水等を、最初から結合剤樹脂を溶解し、また磁性粉末等を分散させる溶剤として使用し、これらの溶剤でもって、磁性粉末をこれらの溶剤に可溶性な結合剤樹脂とともに混合分散させて、磁性塗料を調製しているため、磁性粉末をいまひとつ十分に均一に分散できず、磁性層の表面平滑性を良好にして電気的特性を十分に向上できない難点がある。

#### (問題点を解決するための手段)

この発明はかかる現状に鑑み種々検討を行った結果なされたもので、80メッシュの篩を通して十分に乾燥した磁性粉末1gを、20mlの分散媒中で8時間超音波分散した時の、2週間後の磁性粉末の沈降体積が10cc以下となる分散媒で、

磁性粉末を分散し、次いで、得られた磁性粉末の分散液を、この分散媒と混合し得る溶剤で処理して、磁性粉末の分散媒をこの分散媒と混合し得る溶剤に置換した後、これをこの置換した溶剤に可溶性な結合剤樹脂およびこの置換した溶剤と同じ溶剤とともに混合分散して磁性塗料を調製し、この磁性塗料を基体上に塗布し、乾燥して磁性層を形成することによって、磁性塗料中に磁性粉末を均一に分散させ、磁性層中の磁性粉末の分散性を十分に改善して、磁性層の表面平滑性を良好にし、電気的特性を一段と向上させたものである。

この発明において磁性粉末を分散する分散媒は、80メッシュの篩を通して十分に乾燥した磁性粉末1gを、20mlの分散媒中で8時間超音波分散した時の、2週間後の磁性粉末の沈降体積が10cc以下となるものであることが好ましく、このように磁性粉末の沈降体積が10cc以下の小さいものは磁性粉末に対する親和性に優れ、この種の溶剤を使用すると磁性粉末は極めて良好に分散される。これに対し、磁性粉末の沈降体積が10

ccより大きい溶剤を使用したのでは、磁性粉末に対する親和性が良好でなく、これを用いて磁性粉末を分散させても磁性粉末の分散性は十分に改善されない。

このような、80メッシュの篩を通して十分に乾燥した磁性粉末1gを、20mlの分散媒中で8時間超音波分散した時の、2週間後の磁性粉末の沈降体積が10cc以下となる溶剤としては、たとえば、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、ブタノール、ペンタノールなどの、炭素原子数が1～5の低級アルコール、およびジオキサン、テトラヒドロフランなどのエーテル系溶剤から選ばれるいずれか一種、あるいは二種以上を混合した溶剤が好適なものとして使用され、これらの磁性粉末の沈降体積が10cc以下の溶剤による磁性粉末の分散は、ニーダ、ボールミル、サンドミル、ディスバ、超音波等の従来から公知の種々の分散機を用いて行われる。

また、このようにして得られた磁性粉末の前記の分散媒で分散した分散液を、分散媒と混合し得

る溶剤で処理して行う磁性粉末の分散媒の置換は、磁性粉末の分散液をフィルターで濾過した後、フィルター上の磁性粉末が乾かないうちに分散媒と混合し得る溶剤をフィルター中に注いで磁性粉末を洗浄しながら行われる。従って、磁性粉末の分散媒が一旦乾燥された場合に生じやすい磁性粉末の凝集が全く生ぜず、磁性粉末の分散性が一段と向上される。このような磁性粉末の分散媒と混合し得る溶剤としては、たとえば、シクロヘキサノン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトンなどのケトン系溶剤、酢酸エチル、酢酸ブチルなどのエステル系溶剤、ベンゼン、トルエン、キシレンなどの芳香族炭化水素系溶剤、ヘキサン、ヘプタンなどの炭化水素系溶剤、イソプロピルアルコールなどのアルコール系溶剤、ジメチルホルムアミドなどの酸アミド系溶剤、ジメチルスルホキシドなどのスルホキシド系溶剤、テトラヒドロフラン、ジオキサンなどのエーテル系溶剤等から選ばれるいずれか一種、あるいは二種以上を混合した有機溶剤、もしくは水が使用される。

の分散液を、この分散媒と混合し得る溶剤で処理して磁性粉末の分散媒をこの分散媒と混合し得る溶剤に置換し、これをこの置換した溶剤に可溶な結合剤樹脂およびこの置換した溶剤と同じ溶剤とともに混合分散して磁性塗料を調製すると、磁性塗料中での磁性粉末の分散性が十分に改善されるが、磁性粉末の分散液中にこの分散液に可溶な表面改質剤を加えると、この種の表面改質剤が磁性粉末の粒子表面に良好に被着して被膜が形成され、この被膜により置換される溶剤と磁性粉末との親和性がさらに改善されると同時に、粒子同士の接近、凝集が妨げられるため、磁性粉末の分散性と分散安定性がさらに一段と改善され、磁性層の表面平滑性がさらに改善されて、電気的特性がさらに一段と向上する。

このような前記の分散液に可溶な表面改質剤としては、たとえば、分子量が2000~8000のポリビニルブチラール、ポリアクリル酸塩、ポリアクリル酸のアルキルアミン塩、ポリアクリル酸エステル、ポリマレイン酸のアルキルアミン塩

このように分散媒が磁性粉末の分散媒と混合し得る前記の溶剤に置換された磁性粉末は、置換された前記の有機溶剤もしくは水などの分散媒が揮散する前にそのまま使用されて、この置換された溶剤に可溶な結合剤樹脂およびこの置換された溶剤と同じ溶剤とともに混合分散され、磁性塗料が調製される。このように磁性粉末は最終的に結合剤樹脂を溶解し磁性塗料を調製するのに使用する有機溶剤または水等の溶剤と同じ分散媒に置換された状態で使用されるため、磁性塗料中に極めて良好かつ均一に分散され、また磁性粉末を分散した分散媒が一旦乾燥されることもないため乾燥による磁性粉末の凝集が全く生ぜず、従って磁性粉末の分散性が一段と向上され、このようにして得られた磁性塗料を基体上に塗布し、乾燥すると磁性層の表面平滑性が一段と良好で電気的特性が一段と優れた磁気記録媒体が得られる。

このように磁性粉末を、まず磁性粉末との親和性が最も良好な前記の磁性粉末の沈降体積が10cc以下の分散媒で分散し、次いで、この磁性粉末

、ポリマレイン酸エステル、ポリマレイン酸ポリエーテル、および分子量が2000以下のジアルキルスルホコハク酸ソーダ、高級アルコールリン酸エステル、アルキルアミン塩、ソルビタンモノラウレート、シランカップリング剤、チタンカップリング剤、アルミニウムカップリング剤などのカップリング剤などが好ましく使用される。使用量は、磁性粉末に対して0.1~10重量%の範囲内で使用するのが好ましく、少なすぎると磁性粉末の分散性が十分に改善されず、多すぎると磁性層の表面平滑性が劣化する。

この発明に使用する磁性粉末としては、たとえば $\gamma$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 粉末、 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 粉末、Co含有 $\gamma$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 粉末、Co含有 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 粉末、バリウムフェライト、ストロンチウムフェライトなどの酸化鉄磁性粉末、および粒子表面を予め酸化して耐食処理を施したFe粉末、Co粉末、Fe-Ni粉末などの金属磁性粉末が好適なものとして使用される。

また、結合剤樹脂としては、塩化ビニル-酢酸

ビニル系共重合体、ポリビニルブチラール樹脂、  
纖維素系樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリウレタ  
ン系樹脂、イソシアネート化合物など従来から汎  
用されている結合剤樹脂がいずれも用いられ、有  
機溶剤としては前記した溶剤置換の際に使用され  
るものがいずれも単独または二種以上混合して使  
用される。

なお、磁性塗料中には通常使用されている各種  
添加剤、たとえば分散剤、潤滑剤、研磨剤、帯電  
防止剤などを適宜に添加使用してもよい。

#### (実施例)

次に、この発明の実施例について説明する。

##### 実施例 1

針状C<sub>60</sub>含有 $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、磁 100重量部  
性粉末

ジオキサン 200 "

高級アルコールリン酸エステル 10 "

上記の成分をボールミルで約100時間混合分  
散して分散液を調製し、その後、この分散液にジ  
オキサン800重量部を加えて、さらにホモキ

#### 化合物)

バルミチン酸 2 "

メチルイソブチルケトン 80 "

トルエン 80 "

の組成からなる混合物をボールミルで約100時  
間混合分散して磁性塗料を調製した。この磁性塗  
料を厚さ12 $\mu$ のポリエステルフィルム上に乾燥  
厚が約3 $\mu$ となるように塗布、乾燥し、表面処理  
を行った後、所定の巾に裁断して磁気テープをつ  
くった。

##### 実施例 2

実施例1における針状C<sub>60</sub>含有 $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、  
磁性粉末のジオキサン分散液の調製において、高  
級アルコールリン酸エステルを省いた以外は実施  
例1と同様にして針状C<sub>60</sub>含有 $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、磁  
性粉末のジオキサン分散液を調製し、磁気テープ  
をつくった。

##### 実施例 3

実施例1における針状C<sub>60</sub>含有 $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、  
磁性粉末のジオキサン分散液の調製において、高

級アルコールリン酸エステルに代えてポリアルキ  
レンオキサイドシランを使用した以外は実施例1  
と同様にして針状C<sub>60</sub>含有 $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、磁性粉  
末のジオキサン分散液を調製し、磁気テープをつ  
くった。

##### 実施例 4

実施例1における針状C<sub>60</sub>含有 $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、  
磁性粉末のジオキサン分散液の調製において、針  
状C<sub>60</sub>含有 $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、磁性粉末に代えて、粒  
子表面を予め酸化して耐食処理を施した $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>  
磁性粉末を使用した以外は、実施例1と同様にし  
て、 $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>磁性粉末のジオキサン分散液を調製  
し、磁気テープをつくった。

##### 比較例 1

実施例1において、針状C<sub>60</sub>含有 $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、  
磁性粉末のジオキサンでの分散およびジオキサ  
ンから混合溶剤への溶剤置換を行わない以外は実  
施例1と同様にして磁気テープをつくった。

##### 比較例 2

実施例4において、粒子表面を予め酸化して耐

表

食処理を施した $\alpha$ -Fe磁性粉末のジオキサンでの分散およびジオキサンから混合溶剤への溶剤置換を行わない以外は実施例4と同様にして磁気テープをつくった。

各実施例および比較例で得られた磁気テープについて、15kHzにおける出力、DCノイズおよび磁性層の表面粗さを測定した。磁性層の表面粗さは触針式表面粗さ計で測定し、表面粗さの数値はセンターラインアベレージ(C. L. A)で表した。

下表はその結果である。

	出力 (15kHz) (dB)	DCノイズ (dB)	表面粗さ ( $\mu$ )
実施例 1	+3.0	-58	0.005
" 2	+1.5	-57	0.008
" 3	+3.5	-58.0	0.005
" 4	+6.5	-55	0.007
比較例 1	0	-53.0	0.015
" 2	+4.0	-51.0	0.018

#### (発明の効果)

上表から明らかなように、この発明で得られた磁気テープ(実施例1ないし4)は、従来の磁気テープ(比較例1および2)に比し、出力が大きく、またDCノイズが低くて表面粗さが小さく、このことから、この発明の製造方法によれば、磁性粉末の分散性が充分に改善され、磁性層の表面

平滑性が極めて良好で一段と電気的特性に優れた磁気記録媒体が得られるのがわかる。

特許出願人 日立マクセル株式会社

代理人 高岡 一 幸